

Metode uji untuk penentuan kandungan konsentrasi rendah dari timbal, kadmium dan kobalt dalam cat dengan menggunakan spektrometri serapan atom

Standard Test Method for Low Concentrations of Lead, Cadmium, and Cobalt in Paint by Atomic Absorption Spectroscopy

(ASTM D3335-85a, IDT)



© ASTM 2009 – All rights reserved

© BSN 2014 untuk kepentingan adopsi standar © ASTM menjadi SNI – Semua hak dilindungi

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun serta dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis BSN

BSN
Gd. Manggala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup	1
2 Acuan normatif.....	1
3 Ringkasan Metode uji	3
4 Maksud dan penggunaan	3
5 Peralatan	3
6 Perekasi.....	5
7 Bahaya.....	5
8 Kalibrasi dan standardisasi.....	7
9 Prosedur	7
10 Perhitungan	9
11 Laporan.....	11
12 Presisi dan bias	11
13 Kata kunci.....	12

Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) 8069:2014, *Metode uji untuk penentuan kandungan konsentrasi rendah dari timbal, kadmium, dan kobalt dalam cat dengan menggunakan spektrometri serapan atom* ini merupakan hasil adopsi identik dari ASTM D3335 – 85a (Reapproved 2009), *Standard Test Method for Low Concentration of Lead, Cadmium, and Cobalt in Paint by Atomic Absorption Spectroscopy*.

SNI ini dipublikasikan dalam dua bahasa yaitu Bahasa Indonesia dan Bahasa Inggris (bahasa asli). Apabila terdapat ketidaksamaan pengertian dalam menerjemahkan maka yang digunakan adalah bahasa asli.

Standar ini disusun sesuai dengan ketentuan yang diberikan dalam Pedoman Standardisasi Nasional (PSN) nomor 10 tahun 2012, tentang adopsi standar *American Society for Testing and Material* menjadi Standar Nasional Indonesia.

Standar ini disusun oleh Panitia Teknis 87-01, Industri Cat dan Warna dan telah dibahas dalam rapat konsensus di Jakarta pada tanggal 20 Desember 2013. Hadir dalam rapat tersebut wakil dari pemerintah, produsen, konsumen, pakar, dan peneliti serta instansi teknis terkait lainnya.



Metode uji untuk penentuan kandungan konsentrasi rendah dari timbal, kadmium dan kobalt dalam cat dengan menggunakan spektrometri serapan atom¹⁾

1 Ruang lingkup

1.1 Metode uji ini digunakan untuk cat dengan kandungan timbal²⁾ diantara 0,01% dan 5%, kandungan kadmium diantara 50 ppm (mg/kg) dan 150 ppm (mg/kg), dan kandungan kobalt diantara 50 ppm (mg/kg) dan 2000 ppm (mg/kg), yang terdapat dalam bagian yang tidak menguap dari cat atau yang terkandung dalam lapisan cat kering. Metode ini dapat juga digunakan untuk cat dengan kandungan timbal, kadmium dan kobalt yang lebih tinggi, dengan pengenceran dan perlakuan yang tepat terhadap ukuran contoh dan jumlah pereaksi.

1.2 Hanya cat yang mengandung pigmen yang dapat diuji dengan metode ini, akan tetapi dengan perlakuan yang tepat, metode ini dapat juga digunakan untuk pengujian pernis dan lak.

1.3 Metode uji ini tidak dapat digunakan untuk menetapkan kandungan timbal dalam contoh yang mengandung pigmen antimon (menghasilkan perolehan kembali yang rendah).

1.4 Jika timbal yang terkandung dalam contoh berasal dari suatu senyawa organik timbal dengan konsentrasi lebih besar dari 0,1%, maka sejumlah kecil timbal akan hilang, sehingga akan menghasilkan presisi yang lebih rendah dari yang dicantumkan pada Pasal 12.

1.5 Nilai yang dinyatakan dalam satuan SI merupakan standar. Nilai yang diberi kurung hanya berfungsi sebagai informasi saja.

1.6 Metode ini tidak menjelaskan seluruh faktor-faktor yang menyangkut keselamatan, jika ada, yang berhubungan dengan penggunaannya. Merupakan tanggung jawab pengguna untuk membuat panduan keselamatan dan kesehatan yang tepat dan memastikan penerapan peraturan pembatasan terkait penggunaan metode ini. Pernyataan khusus mengenai bahaya dicantumkan pada Pasal 7.

2 Acuan normatif

2.1 ASTM Standards³⁾

D1193 *Specification for Reagent Water*

D2832 *Guide for Determining Volatile and Nonvolatile Content of Paint and Related Coatings*

¹⁾ Metode uji ini di bawah kewenangan dari komisi ASTM D01 mengenai *Paint and Related Coatings, Materials, and Applications*, dan merupakan tanggungjawab langsung dari subkomisi D01.21 mengenai *Chemical Analysis of Paints and Paint Materials*. Edisi ini disahkan 1 juni 2009. Diterbitkan Juni 2009. Awalnya disahkan tahun 1974. Edisi terakhir sebelum ini disahkan tahun 2005 sebagai D3335 – 85a (2005). DOI:10.1520/D3335-85AR09.

²⁾ Vandenberg, J.T., Swafford, H. D., and Scott, R. W., "Determination of Low Concentrations of Lead in Paint," *Journal of Paint Technology*, Vol 47, No. 604, May 1975.

³⁾ Untuk memperoleh referensi standard ASTM, kunjungi website ASTM, www.astm.org, atau hubungi ASTM Customer Service di service@astm.org. Untuk informasi mengenai volume *Annual Book of ASTM Standards*, mengacu kepada lembar rangkuman dokumen standar di website ASTM.

Standard Test Method for Low Concentrations of Lead, Cadmium, and Cobalt in Paint by Atomic Absorption Spectroscopy¹

1. Scope

1.1 This test method covers the determination of lead² contents between 0.01 and 5 %, cadmium contents between 50 and 150 ppm (mg/kg), and cobalt contents between 50 and 2000 ppm (mg/kg) present in the nonvolatile portion of liquid coatings or contained in dried films. There is no reason to believe that higher levels of all three elements could not be determined by this test method, provided that appropriate dilutions and adjustments in specimen size and reagent quantities are made.

1.2 Only pigmented coatings were used for evaluating this test method, but there is no reason to believe that varnishes and lacquers could not be analyzed successfully, provided that appropriate precautions are taken.

1.3 This test method is not applicable to the determination of lead in samples containing antimony pigments (low recoveries are obtained).

1.4 If lead is present in the sample to be analyzed in the form of an *organic lead* compound at a concentration greater than 0.1 %, small losses of lead may occur, resulting in slightly poorer precision than shown in Section 12.

1.5 The values stated in SI units are to be regarded as the standard. The values given in parentheses are for information only.

1.6 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use. Specific hazard statements are given in Section 7.*

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:³

D1193 Specification for Reagent Water

D2832 Guide for Determining Volatile and Nonvolatile Content of Paint and Related Coatings

¹ This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D01 on Paint and Related Coatings, Materials, and Applications and is the direct responsibility of Subcommittee D01.21 on Chemical Analysis of Paints and Paint Materials. Current edition approved June 1, 2009. Published June 2009. Originally approved in 1974. Last previous edition approved in 2005 as D3335 – 85a (2005). DOI: 10.1520/D3335-85AR09

² Vandenberg, J. T., Swafford, H. D., and Scott, R. W., "Determination of Low Concentrations of Lead in Paint," *Journal of Paint Technology*, Vol 47, No. 604, May 1975.

³ For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, www.astm.org, or contact ASTM Customer Service at service@astm.org. For *Annual Book of ASTM Standards* volume information, refer to the standard's Document Summary page on the ASTM website.

3 Ringkasan metode uji

3.1 Spesimen dari cat basah atau lapisan cat kering disiapkan untuk analisa dengan diabukan. Kandungan timbal, kadmium atau kobalt yang diperoleh dari hasil ekstraksi abu dengan asam diukur dengan spektrometri serapan atom.

4 Maksud dan penggunaan

4.1 Kandungan logam berat yang diperbolehkan dalam cat tertentu ditetapkan oleh regulasi pemerintah. Metode uji ini menyediakan prosedur lengkap untuk menetapkan kandungan konsentrasi rendah dari timbal, kadmium, dan kobalt yang terdapat dalam cat berbasis air dan pelarut organik dalam rangka menentukan kesesuaian dengan persyaratan pemerintah.

5 Peralatan

5.1 Spektrometer Serapan Atom, terdiri dari satu atau tiga *slot burner*, tabung gas untuk asetilena dan udara; lampu⁴⁾ sumber sinar untuk timbal, kadmium dan kobalt; monokromator dan rangkaian optik; detektor fotosensitif; dan rangkaian layar tampilan.

5.2 Tanur, mampu mencapai suhu $(500 \pm 10)^{\circ}\text{C}$.

5.3 Cawan porselen tipe lebar berglasir pada permukaan dalam dan luar kecuali bagian dasar, memiliki kapasitas sekitar 30 mL, diameter 50 mm dan tinggi 31 mm.⁵⁾

5.4 Pemanas, memiliki kontrol suhu pada kisaran 70 sampai 200 °C.

5.5 Gelas piala⁶⁾, 100 mL dan 250 mL.

5.6 Labu Ukur, 50 mL, 100 mL, dan 1000 mL.

5.7 Botol Tetes, kapasitas 7 mL ($\frac{1}{4}$ oz) atau 15 mL ($\frac{1}{2}$ oz).

5.8 *Disposable Syringes*, kapasitas 5 mL atau 10 mL.

5.9 Pipet, kapasitas 1 mL, 2 mL, 5 mL, dan 10 mL.

5.10 *Shaker* cat.

5.11 Batang aplikator cat.

⁴⁾ Lampu hollow katoda dan lampu electrodeless discharge, keduanya dapat digunakan untuk pengujian.

⁵⁾ Satu-satunya sumber pasokan cawan No.25007 adalah Coors Produsen. Jika anda menemui pemasok lain, silakan laporkan informasi ini ke kantor pusat ASTM International. Komentar Anda akan menerima pertimbangan cermat pada pertemuan komite teknis yang bertanggung jawab, dan anda pun dapat hadir.

⁶⁾ Satu-satunya sumber pasokan untuk Vycor gelas adalah Corning Glass Co, Houghton Park, Corning, NY 14831. Jika anda menemui pemasok lain, silakan laporkan informasi ini ke kantor pusat ASTM International. Komentar Anda akan menerima pertimbangan cermat pada pertemuan komite teknis yang bertanggung jawab, dan anda pun dapat hadir.

3. Summary of Test Method

3.1 The specimen of liquid coating or dried film is prepared for analysis by dry ashing. The content of lead, cadmium, or cobalt of an acid extract of the ash is determined by atomic absorption spectroscopy.

4. Significance and Use

4.1 The permissible level of heavy metals in certain coatings is specified by governmental regulatory agencies. This test method provides a fully documented procedure for determining low concentrations of lead, cadmium, and cobalt present in both water and solvent-reducible coatings to determine compliance.

5. Apparatus

5.1 *Atomic Absorption Spectrophotometer*, consisting of an atomizer and either a single- or three-slot burner; gas pressure regulating and metering devices for air and acetylene; lead, cadmium, and cobalt source lamps⁴ with a regulated constant-current supply; a monochromator and associated optics; a photosensitive detector connected to an electronic amplifier; and a readout device.

5.2 *Muffle Furnace*, capable of maintaining $500 \pm 10^{\circ}\text{C}$.

5.3 *Crucibles*, wide-form, porcelain, glazed inside and outside except for the outside bottom surface, approximately 30-mL capacity, 50-mm rim diameter and 31-mm height.⁵

5.4 *Hot Plate*, with variable surface temperature control over the range from 70 to 200°C .

5.5 *High-Silica Glass Beakers*,⁶ 100 and 250-mL.

5.6 *Volumetric Flasks*, 50, 100, and 1000-mL.

5.7 *Dropping Bottles*, $\frac{1}{4}$ or 7 or 15-mL ($\frac{1}{2}$ -oz) capacity.

5.8 *Glass or Disposable Syringes*, 5 or 10-mL capacity.

5.9 *Pipets*, 1, 2, 5, and 10-mL capacity.

5.10 *Paint Shaker*.

5.11 *Paint Draw-Down Bar*.

⁴ Both hollow cathode lamps and electrodeless discharge lamps have been found satisfactory for this purpose.

⁵ The sole source of supply of No. 25007 crucibles, known to the committee at this time is Coors Manufacturer. If you are aware of alternative suppliers, please provide this information to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee,¹ which you may attend.

⁶ The sole source of supply of Vycor beakers, known to the committee at this time is Corning Glass Co., Houghton Park, Corning, NY 14831. If you are aware of alternative suppliers, please provide this information to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee,¹ which you may attend.

6 Pereaksi

6.1 Kemurnian pereaksi

Seluruh pengujian menggunakan bahan kimia pro analisis (p.a). kecuali diindikasikan lain, seluruh pereaksi yang digunakan memenuhi persyaratan bahan kimia untuk analisa dan memiliki kemurnian yang tinggi⁷⁾ sehingga diharapkan tidak mengurangi akurasi pengujian.

6.2 Kemurnian air

Kecuali diindikasikan lain, air yang digunakan untuk analisa memenuhi spesifikasi sesuai ASTM D1193, Tipe II.

6.3 Larutan ammonium asetat (50% b/v)

Larutkan 500 gram amonium asetat ($\text{NH}_4\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$) dalam air dan encerkan tepat sampai 1 L.

6.4 Larutan pengencer amonium asetat

Tambahkan 50 mL HNO_3 (berat jenis 1,42) ke dalam 150 mL larutan amonium asetat 50% b/v dan encerkan tepat sampai 1 L.

6.5 Larutan standar kadmium (1 mg/mL)

Larutkan 2,1032 gram kadmium nitrat ($\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$) dalam 10 mL air, tambahkan 10 mL HNO_3 (berat jenis 1,42) dan encerkan tepat sampai 1 L.

6.6 Larutan standar kobalt (1 mg/mL)

Larutkan 4,9387 gram kobalt nitrat heksahidrat ($\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) dalam 10 mL air, tambahkan 10 mL HNO_3 (berat jenis 1,42) dan encerkan tepat sampai 1 L.

6.7 Larutan standar timbal (1 mg/mL)

Larutkan 1,5980 gram timbal nitrat ($\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$) dalam 10 mL air, tambahkan 10 mL HNO_3 (berat jenis 1,42) dan encerkan tepat sampai 1 L.

CATATAN 1 Konsentrasi kadmium, timbal, perak dan seng 10,00 mg/mL sama dengan SRM 2121; sama seperti konsentrasi kobalt, tembaga, besi dan nikel pada SRM 2124: kantor *Standard Reference Material* (SRM), ruang B-311, Gedung Kimia, NIST, Washington, DC 20234.

6.8 Asam nitrat (berat jenis 1,42)

Asam nitrat pekat (HNO_3).

6.9 Asam Nitrat (1+1)

Tambahkan 1 volume Asam nitrat (berat jenis 1,42) ke dalam 1 volume air.

⁷⁾Pereaksi Kimia, American Chemical Spesifikasi Society, American Chemical Society, Washington, DC. Saran apabila terdapat pereaksi yang tidak terdaftar pada American Chemical Society, lihat Standar Analar untuk Laboratorium Kimia, BDH Ltd, Poole, Dorset, Inggris, dan Amerika Serikat Pharmacopeia dan formularium Nasional, US Pharmacopeial Konvensi, Inc (USPC), Rockville, MD.

6. Reagents

6.1 Purity of Reagents—Reagent grade chemicals shall be used in all tests. Unless otherwise indicated, it is intended that all reagents shall conform to the specifications of the Committee on Analytical Reagents of the American Chemical Society, where such specifications are available.⁷ Other grades may be used, provided it is first ascertained that the reagent is of sufficiently high purity to permit its use without lessening the accuracy of the determination.

6.2 Purity of Water—Unless otherwise indicated, references to water shall be understood to mean reagent grade water conforming to Type II of Specification D1193.

6.3 Ammonium Acetate Solution (50 % weight/volume)—Dissolve 500 g of ammonium acetate ($\text{NH}_4\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$) in water and dilute to 1 L.

6.4 Ammonium Acetate Diluting Solution—Add 50 mL of HNO_3 (sp gr 1,42) to 150 mL of 50 % weight/volume ammonium acetate solution and dilute to 1 L.

6.5 Cadmium Standard Stock Solution (1 mg/mL)—Dissolve 2,1032 g of cadmium nitrate ($\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$) in 10 mL of water, add 10 mL of HNO_3 (sp gr 1,42), and dilute to 1 L.

6.6 Cobalt Standard Stock Solution (1 mg/mL)—Dissolve 4,9387 g of cobalt nitrate hexahydrate ($\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) in 10 mL of water, add 10 mL of HNO_3 (sp gr 1,42), and dilute to 1L.

6.7 Lead Standard Stock Solution (1 mg/mL)—Dissolve 1.5980 g of lead nitrate ($\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$) in 10 mL of water, add 10 mL of HNO_3 (sp gr 1.42), and dilute to 1 L.

NOTE 110,00 mg/mL concentrations of cadmium, lead, silver and zinc are available as SRM 2121; and the same concentration of cobalt, copper, iron and nickel as SRM 2124 from: Office of Standard Reference Materials, Room B-311, Chemistry Building, NIST, Washington, DC20234.

6.8 Nitric Acid (sp gr 1,42)—Concentrated nitric acid (HNO_3).

6.9 Nitric Acid (1 + 1)—Add 1 volume of HNO_3 (sp gr 1,42) to 1 volume of water.

⁷Reagent Chemicals, American Chemical Society Specifications, American Chemical Society, Washington, DC. For suggestions on the testing of reagents not listed by the American Chemical Society, see *Analar Standards for Laboratory Chemicals*, BDH Ltd., Poole, Dorset, U.K., and the *United States Pharmacopeia and National Formulary*, U.S. Pharmacopeial Convention, Inc. (USPC), Rockville, MD.

7 Bahaya

7.1 Asam nitrat pekat bersifat korosif dan dapat menyebabkan luka bakar pada kulit atau mata; uapnya dapat menyebabkan iritasi membran pernafasan. Perlakukan bahan asam dengan hati-hati sesuai dengan panduan pada *Material Safety Data Sheet* (MSDS).

7.2 Gunakan sarung tangan karet untuk memipet larutan.

8 Kalibrasi dan standardisasi

8.1 Siapkan masing-masing 100 mL minimal empat buah standar pada daerah konsentrasi kandungan timbal, kadmium atau kobalt. Larutan standar dibuat dengan cara mengencerkan dari larutan standar timbal, kadmium, dan kobalt 1 mg/mL; ditambah 5 mL HNO_3 pekat dan 15 mL larutan amonium asetat 50%. Kemudian diencerkan dengan air tepat sampai 100 mL.

8.2 Instruksi kerja alat spektrometri serapan atom bervariasi tergantung modelnya. Gunakan panduan dari produsen alat untuk menentukan kondisi optimum alat.

8.3 Nyalakan alat dan atur panjang gelombang pada 283,3 nm untuk timbal; 228,8 nm untuk kadmium; atau 240,7 nm untuk kobalt. Atur lampu sumber sinar sesuai rekomendasi produsen alat. Lakukan pemanasan selama 15 menit dan atur lebar celah. Atur tekanan atau laju alir udara dan asetilena, kemudian nyalakan pembakar sesuai instruksi kerja.

8.4 Aspirasikan air untuk membilas ruang atomisasi. Aspirasikan larutan standar untuk membuat pengaturan yang diperlukan supaya diperoleh absorpsi maksimum.

8.5 Aspirasikan masing-masing larutan standar dan catat absorban hasil pembacaan alat. Aspirasikan air setiap penggantian larutan standar.

8.6 Buat kurva kalibrasi absorban terhadap konsentrasi ($\mu\text{g/mL}$) dari hasil pengukuran standar. Sebagai alternatif untuk alat yang telah dilengkapi dengan kemampuan untuk menyimpan dan menghitung kurva kalibrasi sendiri, hasil pembacaan dapat langsung berupa konsentrasi.

9 Prosedur

9.1 Apabila contoh merupakan cat basah, aduk cat sampai homogen, sebaiknya dengan menggunakan *shaker* mekanik. Tetapkan kandungan bahan yang tidak menguap (*nonvolatile*) sesuai panduan pada ASTM D2832.

9.2 Siapkan minimal dua spesimen (duplo), masing-masing dari botol tetes sebanyak (2 s.d. 3) gram contoh yang telah diaduk, atau dengan menimbang langsung sebanyak 1 s.d. 2 gram lapisan cat kering ke dalam cawan porselen 30 mL.

7 Hazards

7.1 Concentrated nitric acid is corrosive and may cause severe burns of the skin or eyes; the vapor is irritating to mucous membranes. Use care in handling this acidic substance. Refer to suppliers' Material Safety Data Sheet.

7.2 Use only a rubber bulb aspirator for pipeting liquids.

8 Calibration and Standardization

8.1 Prepare 100-mL quantities of at least four standard solutions bracketing the expected lead, cadmium, or cobalt concentration in the sample to be tested. To suitable aliquots of the 1 mg/mL standard lead, cadmium, or cobalt solution, add 5 mL of HNO_3 (sp gr 1,42) and 15 mL of 50 % ammonium acetate solution. Dilute to 100 mL with water.

8.2 Operational instructions for atomic absorption spectrophotometers vary with different models. Consult the manufacturer's literature for establishing optimum conditions for the specific instrument used.

8.3 Turn the instrument on and set the wavelength to the 283,3-nm lead line, the 228,8-nm cadmium line, or the 240,7-nm cobalt line. Apply the current recommended by the manufacturer to the lead, cadmium, or cobalt source lamp. Allow the instrument to warm up for about 15 min and set the slit width. Adjust the air and acetylene pressure or flow rates and ignite the burner in accordance with the manufacturer's instructions.

8.4 Aspirate water to rinse the atomizer chamber. Aspirate a standard solution and make any necessary readjustment in instrument parameters to obtain maximum absorption.

8.5 Aspirate each of the appropriate standard solutions and record the corresponding instrument readings. Aspirate water between each standard.

8.6 Construct a calibration curve on linear graph paper by plotting the absorbance versus concentration (micrograms per millilitre) for each standard solution. Alternatively, the calibration results may be stored in the instrument, if so equipped, and readings made directly in concentration.

9 Procedure

9.1 If the sample is a liquid coating, mix it until homogeneous, preferably on a mechanical shaker. Determine the nonvolatile content in accordance with Guide D2832.

9.2 Prepare at least two replicate specimens by weighing by difference from a dropping bottle or syringe approximately 2 to 3 g of the mixed liquid coating, or by directly weighing approximately 1 to 2 g of dried paint film, into a 30-mL porcelain crucible. Weigh to 0,1 mg.

CATATAN 2 Untuk cat basah yang mengandung 500 ppm (mg/kg) timbal, ukuran spesimen seperti di atas setelah pengenceran diperkirakan akan memberikan pembacaan sebesar (10 s.d. 20) µg/mL dari berat padatan. Apabila contoh diperkirakan mengandung timbal lebih besar atau kurang dari 500 ppm, sesuaikan jumlah spesimen yang digunakan. Pada contoh dengan kandungan timbal jauh lebih kecil dari 500 ppm, dapat digunakan gelas piala 250 mL untuk mengganti cawan supaya dapat menampung spesimen sampai 10 g, dengan ukuran spesimen seperti ini setelah pengenceran diperkirakan akan memberikan pembacaan kandungan kadmium sebesar (10 s.d. 20) µg/mL dari contoh yang diperkirakan mengandung kadmium sebesar 100 ppm dari berat padatan, dan memberikan pembacaan kandungan kobalt sebesar (10 s.d. 20) µg/mL dari contoh yang diperkirakan mengandung kobalt sebesar 500 ppm dari berat padatan.

CATATAN 3 Kelupas lapisan cat kering dari material yang telah di cat (lakukan dengan hati-hati jangan sampai material dasar ikut terkelupas) atau buat lapisan cat kering di laboratorium dari contoh cat basah. Untuk persiapan contoh di laboratorium, tuangkan sejumlah contoh cat yang telah homogen ke atas panel kaca bersih. Penggunaan bar aplikator disarankan supaya dapat dihasilkan lapisan dengan ketebalan yang merata dengan ketebalan lapisan basah tidak lebih dari 2 mils (50 µm). Biarkan lapisan cat kering dalam oven pada suhu 105°C minimal selama 1 jam. Kelupas lapisan cat kering, dengan menggunakan pisau.

9.3 Tempatkan cawan atau gelas piala yang berisi cat basah di atas pemanas dan naikan suhu dengan perlahan sampai diperoleh lapisan cat kering. Untuk jenis cat tertentu mungkin diperlukan pemanasan awal dengan oven pada suhu 105°C untuk menghilangkan pelarut tanpa mengakibatkan percikan cat.

9.4 Setelah spesimen terlihat sudah kering atau apabila contoh berupa lapisan cat kering, naikan suhu pemanas secara bertahap sampai membentuk arang.

9.5 Setelah proses pembentukan arang selesai, pindahkan ke dalam tanur pada suhu (475 s.d. 500)°C.

CATATAN 4 Suhu pengabuan tidak boleh melebihi 500°C karena dapat menyebabkan hilangnya timbal melalui penguapan.

9.6 Setelah pengabuan selesai (jangan lebih dari 1 jam s.d. 2 jam) keluarkan cawan atau gelas piala dari tanur dan biarkan dingin pada suhu kamar. Haluskan abu dengan batang pengaduk, dan biarkan batang pengaduk dalam wadah selama proses penyaringan.

9.7 Tambahkan 10 mL HNO₃ (1+1), waspadai percikan yang mungkin terjadi akibat reaksi abu dengan asam. Panaskan dengan perlahan menggunakan pemanas sampai larutan tersisa sebanyak (2 s.d. 3) mL. Tambahkan lagi 10 mL HNO₃ (1+1) dan lanjutkan pemanasan sampai larutan tersisa kurang dari 5 mL.

9.8 Saring larutan melalui kertas saring porositas sedang ke dalam labu ukur 50 mL. Jika filtrat tidak jernih, saring kembali dengan menggunakan kertas saring berporositas halus. Bilas wadah tiga kali dengan 2,5 mL larutan amonium asetat panas (6.3). Bilas kertas saring beberapa kali dengan air. Tambah air sampai tepat 50 mL dan diaduk.

9.9 Aspirasikan larutan uji dan ukur absorbannya dengan cara yang sama pada saat mengkalibrasi alat. Tentukan konsentrasi timbal, kadmium, atau kobalt dalam mg/mL berdasarkan kurva kalibrasi. Apabila absorban contoh melebihi rentang kurva kalibrasi, lakukan pengenceran yang tepat dengan menggunakan larutan ammonium asetat.

CATATAN 5 Untuk memperoleh akurasi maksimum, kalibrasi dan standardisasi (Pasal 8) sebaiknya dilakukan sesaat sebelum mengaspirasikan larutan contoh.

NOTE 2 The specimen size called for will give a concentration of approximately 10 to 20 µg/mL lead in the final diluted solution for paints containing approximately 500 ppm (mg/kg) lead, based on the solids. If the material is estimated to contain more or less than 500 ppm lead, the quantity taken should be adjusted accordingly. In the event that significantly less than 500 ppm lead is expected, a 250-mL high-silica beaker may be used in place of the crucible to accommodate specimen weights up to 10 g. The size specified will give a concentration of approximately 2 to 4 µg/mL cadmium in the final diluted solution for paints containing approximately 100 ppm cadmium, based on the solids. The size specified will give a concentration of approximately 10 to 20 µg/mL cobalt in the final diluted solution for paints containing approximately 500 ppm cobalt, based on the solids.

NOTE 3 Recover dried paint films from previously coated substrates (being careful not to remove any underlying material from the substrate) or prepare in the laboratory from liquid samples. For the laboratory preparation, flow some of the well-mixed sample onto a clean glass plate. The use of a paint draw-down bar is recommended to obtain a uniform wet film thickness not exceeding 2 mils (50 µm). Allow the film to dry in an oven at 105°C for a minimum of 1 h. Scrape the dried film off the glass plate, preferably with a single-edge razor blade.

9.3 Place the crucible (or beaker) containing the liquid coating on a hot plate and slowly increase the temperature until the material is dried. With some types of coatings, an initial oven-drying at 105°C may be necessary to remove solvents without incurring losses due to spattering.

9.4 When the specimen appears to be dry or when starting with a dried film, gradually increase the temperature of the hot plate until the material chars.

9.5 After charring is complete, place the container in a preheated muffle furnace and ash at 475 to 500°C.

NOTE 4 Ashing at temperatures in excess of 500°C may result in the loss of some lead by volatilization.

9.6 When the ashing appears to be complete (do not exceed 1 to 2 h), remove the crucible or beaker from the muffle furnace and allow it to cool to room temperature. Break up the ash into fine particles with a glass stirring rod, leaving the rod with the container through the filtering step.

9.7 Add 10 mL of HNO₃ (1 + 1), taking care to avoid losses due to spattering in case the ash reacts vigorously with the acid. Heat carefully on a hot plate until 2 to 3 mL of solution remain. Add an additional 10 mL of HNO₃ (1 + 1) and continue heating on the hot plate until less than 5 mL of the solution remains.

9.8 Filter the solution through medium-porosity filter paper into a 50-mL volumetric flask. If the filtrate is not clear, refilter through fine-porosity filter paper. Wash the container three times with 2.5 mL of hot ammonium acetate solution (6.3), each time transferring the washings to the filter paper. Wash the filter paper several times with water. Adjust the volume to 50 mL with water and mix.

9.9 Aspirate the test solution and determine the absorbance in the same manner in which the instrument was calibrated. Determine the concentration of lead, cadmium, or cobalt in micrograms per millilitre from the calibration curve. If the absorbance is above the range covered by the calibration curve, dilute an aliquot of the sample solution to a suitable volume with ammonium acetate diluting solution.

NOTE 5 For maximum accuracy, calibration and standardization (Section 8) should be completed just prior to aspirating the sample solution.

CATATAN 6 Metode adisi standar dapat digunakan untuk meningkatkan akurasi pengujian. Metode ini sangat disarankan untuk digunakan pada analisa dengan contoh yang memiliki matriks yang berpotensi untuk mengganggu pengukuran. Untuk penjelasan lebih lanjut mengenai prosedur dan perhitungan yang digunakan pada metode adisi standar, pahami buku referensi standar untuk spektrometri serapan atom atau instruksi manual yang disediakan oleh pembuat alat.

10 Perhitungan

Hitung konsentrasi rata-rata timbal, kadmium, atau kobalt dalam contoh padat sebagai berikut:

Timbal, kadmium atau kobalt, ppm (mg/kg) dalam contoh padat (1)

$$= (C \times F \times 5000) / (NV \times S)$$

Keterangan:

- C = konsentrasi timbal, kadmium, atau kobalt dalam larutan specimen, yang diaspirasikan, ($\mu\text{g/mL}$),
 F = faktor pengenceran dari Butir 9.9 (volume pelarut/volume terlarut),
 5000 = faktor berasal dari perkalian volume 50 mL dari prosedur dalam Butir 9.8 dengan 100 (untuk mengkonversi NV yang digunakan menjadi angka keseluruhan) dan 10^6 (untuk menghasilkan ppm), kemudian dibagi dengan 10^6 (untuk mengkonversi gram contoh menjadi μg),
 NV = bagian tidak menguap contoh cat (gunakan 100 jika contoh berupa lapisan cat kering), dan
 S = berat contoh, g.

11 Laporan

Hasil yang dilaporkan merupakan kandungan timbal, kadmium, atau kobalt dalam contoh padat, baik untuk analisa yang dilakukan terhadap contoh cat basah ataupun terhadap contoh berupa lapisan cat kering.

12 Presisi dan bias⁸⁾

12.1 Presisi diestimasi berdasarkan pengujian antar laboratorium yang dilakukan oleh tujuh laboratorium, pada dua hari yang berbeda, dengan empat contoh berbasis air dan empat contoh berbasis pelarut yang mengandung timbal (0,01 s.d. 5)%, kadmium (50 s.d. 150) ppm (mg/kg), dan kobalt (50 s.d. 2000) ppm. Koefisien variasi antar laboratorium (within) untuk timbal sebesar 3,4% relatif pada 24 df (df=derajat kebebasan), untuk kadmium sebesar 3,7% relatif pada 15 df, dan untuk kobalt 3,3% relatif pada 21 df. Koefisien variasi antar laboratorium (between) untuk timbal sebesar 9,3% relatif pada 20 df, untuk kadmium sebesar 8,9% relatif pada 11 df, dan untuk kobalt 5,5% relatif pada 17 df. Berdasarkan koefisien tersebut, kriteria berikut dapat digunakan untuk menilai keberterimaan hasil pada tingkat kepercayaan 95%:

12.1.1 Repeatability

Dua hasil, masing-masing merupakan rata-rata hasil pengujian berulang, dilakukan oleh operator yang sama pada hari yang berbeda, harus diwaspadai jika lebih dari 11% relatif untuk ketiga unsur.

⁸⁾Data pendukung telah diajukan di ASTM International Headquarters dan dapat diperoleh dengan meminta Laporan Penelitian RR: D01-1005.

NOTE 6 The method of standard additions may be used to improve the accuracy of the analysis. This method is particularly recommended for use with unknown samples where matrix effects may be potentially significant. For a detailed description of the procedure and calculations used in the method of standard additions, consult a standard text on atomic absorption spectroscopy or the instruction manual provided by the instrument manufacturer.

10. Calculation

Calculate the mean concentration of lead, cadmium, or cobalt in the nonvolatile portion of the sample as follows:

$$\begin{aligned} \text{lead, cadmium or cobalt, ppm (mg/kg) in nonvolatile} & \quad (1) \\ & = (C \times F \times 5000) / (NV \times S) \end{aligned}$$

Where:

- C = concentration of lead, cadmium, or cobalt in the aspirated specimen solution, ($\mu\text{g/mL}$),
 F = dilution factor from 9.9 (volume diluted to/volume of aliquot),
 5000 = factor derived from multiplying the 50-mL volume obtained in procedure in 9.8 by 100 (to convert NV used to a whole number) and 10^6 (to obtain ppm), then dividing by 10^6 (to convert grams of sample to μg),
 NV = percent nonvolatile of paint sample (use 100 if sample was a dried film), and
 S = sample, g.

11. Report

Report the lead, cadmium, or cobalt content of the nonvolatile content of the sample and whether the analysis was conducted on a liquid coating or a dried film.

12. Precision and Bias⁸

12.1 The precision estimates are based on an interlaboratory study in which seven different laboratories analyzed in duplicate, on two different days, four samples of water-reducible paints and four samples of solvent-reducible paints containing from 0.01 to 5 % lead, 50 to 150 ppm (mg/kg) cadmium, and 50 to 2000 ppm cobalt. The within-laboratory coefficient of variation was found to be 3.4 % relative at 24 degrees of freedom for lead, 3.7 % relative at 15 degrees of freedom for cadmium, and 3.3 % relative at 21 degrees of freedom for cobalt. The between-laboratory coefficient of variation was 9.3 % relative at 20 df for lead, 8.9 % relative at 11 df for cadmium, and 5.5 % relative at 17 df for cobalt. Based on these coefficients, the following criteria should be used for judging the acceptability of results at the 95 % confidence level:

12.1.1 Repeatability—Two results, each the mean of duplicate determinations, obtained by the same operator on different days should be considered suspect if they differ by more than 11 % relative for all three metals.

⁸ Supporting data have been filed at ASTM International Headquarters and may be obtained by requesting Research Report RR: D01-1005.

12.1.2 Reproducibility

Dua hasil, masing-masing merupakan rata-rata hasil pengujian berulang, dilakukan oleh operator laboratorium yang berbeda, harus diwaspadai jika lebih dari 28% relatif untuk timbal atau kadmium atau lebih dari 17% relatif untuk kobalt.

12.2 Bias

12.2.1 Nilai sebenarnya untuk jumlah timbal yang terkandung dalam padatan suatu lapisan cat seharusnya ada diantara 97% dan 111% dari nilai hasil analisa.

12.2.2 Nilai sebenarnya untuk jumlah kadmium yang terkandung dalam padatan suatu lapisan cat seharusnya ada diantara 77% dan 143% dari nilai hasil analisa.

12.2.3 Nilai sebenarnya untuk jumlah kobalt yang terkandung dalam padatan suatu lapisan cat seharusnya ada diantara 96% dan 120% dari nilai hasil analisa.

13 Kata kunci

trace metals SSA dalam cat; *trace* kobalt cat; *trace* timbal kadmium cat; *trace* timbal dalam cat



12.1.2 Reproducibility—Two results, each the mean of duplicate determinations, obtained by operators in different laboratories should be considered suspect if they differ by more than 28 % relative for lead or cadmium or by more than 17 % relative for cobalt

12.2 Bias:

12.2.1 The true value for the amount of lead present in the solids of a coating should be between 97 and 111 % of the experimental value.

12.2.2 The true value for the amount of cadmium present in the solids of a coating should be between 77 and 143 % of the experimental value.

12.2.3 The true value for the amount of cobalt present in the solids of a coating should be between 96 and 120 % of the experimental value.

13. Keywords

AAS trace metals in paints; trace cobalt paints; trace lead cadmium paints; trace lead in paints

